Math-Net.Ru

Общероссийский математический портал

Т. Н. Конькова, С. Ю. Миронов, А. В. Корзников, Криогенная деформация меди, *Вестн. Сам. гос. техн. ун-та. Сер. Физ.-мат. науки*, 2009, выпуск 2(), 280–283

DOI: <https://doi.org/10.14498/vsgtu696>

Использование Общероссийского математического портала Math-Net.Ru подразумевает, что вы прочитали и согласны с пользовательским соглашением

<http://www.mathnet.ru/rus/agreement>

Параметры загрузки:

IP: 44.207.124.84

26 апреля 2023 г., 16:16:09

Физика твёрдого тела

УДК 669.3:539.89:539.25

КРИОГЕННАЯ ДЕФОРМАЦИЯ МЕДИ

Т. Н. Конькова, С. Ю. Миронов, А. В. Корзников

Институт проблем сверхпластичности металлов РАН,
450001, Уфа, ул. Халтурина, 39.

E-mail: konkova_05@mail.ru

Для аттестации структуры меди, полученной интенсивной пластической деформацией кручением под высоким давлением в условиях криогенных температур, использовался метод автоматического анализа картин дифракции обратно рассеянных электронов. Установлено, что такой вид обработки приводит к измельчению структуры до размера зерна 0,2 мкм. На основе анализа текстурных данных и спектра разориентировок был сделан вывод, что основным механизмом пластического течения было $\{111\}<110>$ дислокационное скольжение, а вклад двойникования был очень мал. Эволюция зеренной структуры в основном определялась вытягиванием исходных зёрен в направлении макроскопического сдвига и их последующей фрагментацией.

Ключевые слова: интенсивная пластическая деформация, криогенная деформация, медь, структура, текстура.

Введение. В последнее время значительно возрос научный интерес к субмикроструктурным и нанокристаллическим материалам [1, 2]. Исключительно сложной представляется структура нанокристаллических материалов, полученная интенсивной пластической деформацией [3]. С целью измельчения размера зерна активно применяется интенсивная пластическая деформация в условиях криогенных температур [4]. Необходимы новые методы исследования, поиск количественных характеристик нанокристаллических состояний и особенно выяснение механизмов формирования этих состояний. В связи с этим целью работы было детальное исследование микроструктуры с привлечением относительно нового метода автоматического анализа картин дифракции обратно рассеянных электронов [5].

Материалы и методы. В качестве материала исследования использовалась технически чистая медь марки М1 (99,9%). Исходный горячекатаный пруток был разрезан на части диаметром 40 мм и длиной 70 мм и подвергнут мультисековой деформации в интервале температур 500–300 °С в воздушной атмосфере [2]. В результате деформации был получен материал со средним размером фрагментов 0,65 мкм. Полученное состояние было принято в качестве исходного.

Образцы в форме диска диаметром 10 мм и толщиной 2 мм деформировали кручением под давлением около 4,5 ГПа при числе оборотов наковальни N равным 10 в условиях температуры -196 ± 10 °С. Этот эксперимент был выполнен в Forschungszentrum Karlsruhe, Germany. Степень сдвиговой деформации γ составила 628 [2]. Деформированные пластинки были электролитически полированы в 7% растворе ортофосфорной кислоты H_3PO_4 в дистиллированной воде при комнатной температуре и напряжении 10 В. Микроструктурные исследования проводились на середине радиуса деформированной заготовки и осуществлялись методами просвечивающей электронной микроскопии и автоматического анализа картин дифракции обратно

Татьяна Николаевна Конькова, аспирант. Сергей Юрьевич Миронов (к.ф.-м.н.), научный сотрудник. Александр Вениаминович Корзников (д.т.н., с.н.с.), старший научный сотрудник.

рассеянных электронов. Для исследований методами просвечивающей электронной микроскопии был использован микроскоп Phillips CM 30, работающий при ускоряющем напряжении 300 кВ. Анализ картин дифракции обратно рассеянных электронов проводился при помощи программного обеспечения TSL OIM™, установленного на сканирующем электронном микроскопе с полевым катодом Hitachi S-4300SE.

2. Результаты и обсуждение

2.1. Морфология структуры и размер зёрен

3.1.1. *Электронно-микроскопическое исследование.* Типичные фотографии микроструктуры, полученные с применением метода просвечивающей электронной микроскопии, показаны на рис. 1, а. Видно, что структура состоит из приблизительно равноосных фрагментов, размер которых достигает 0,2 мкм. Плотность дислокаций визуально довольно высока. Углы в тройных стыках близки к 120°. Анализ структуры при больших увеличениях (рис. 1, б) выявил наличие тонких (около 30 нм) пластин внутри некоторых фрагментов. По морфологическим признакам данные пластины можно отнести к двойникам.

Рис. 1. Микроструктура деформированного образца

2.1.2. *Анализ картин дифракции обратно рассеянных электронов.* Карта микроструктуры, снятая методом автоматического анализа картин дифракции обратно рассеянных электронов, приведена на рис. 2. Малоугловые границы изображены тонкими серыми линиями, а большеугловые — толстыми черными линиями. Микроструктура является макроскопически однородной и состоит из примерно равноосных зёрен, средний размер которых составляет около 0,25 мкм, а средний размер субзёрен — около 0,11 мкм. Интересным представляется факт, что в структуре выявляются отдельные зёрна, которые значительно вытянуты в направлении сдвига. Вероятно, формирование конечной равноосной структуры обусловлено предварительным вытягиванием исходных зёрен в направлении сдвига и их последующим поперечным делением путём формирования границ деформационного происхождения.

2.2. *Спектр разориентировок.* Спектр разориентировок, полученный с помощью метода автоматического анализа картин дифракции обратно рассеянных электронов, характеризуется наличием значительной доли малоугловых границ, составляющей 46% от общей доли границ (рис. 3, а). Кроме того, отмечается резкий перепад между долей малоугловых и большеугловых границ. Возможно, что при реверсивном характере нагружения в ходе обратного поворота бойка сформировавшаяся в ходе предыдущего цикла деформирования субструктура частично разрушалась, и это препятствовало формированию большеугловых границ.

Рис. 2. Картина микроструктуры снятая с шагом сканирования 100 нм методом автоматического анализа картин дифракции обратно рассеянных электронов

Слабый пик в районе 60° , а также сопряженный с этими границами кластер осей разориентировки возле полюса $\langle 111 \rangle$ обусловлены двойниковыми разориентировками. Таким образом, метод автоматического анализа картин дифракции обратно рассеянных электронов подтверждает наличие двойникового разориентирования при криогенной деформации меди. Общая доля двойниковых границ в структуре составляет всего около 2,5%, а следовательно, двойникование вряд ли играло значительную роль в формировании структуры. Кластеры около полюсов $\langle 001 \rangle$ и $\langle 101 \rangle$ (рис. 3, б) обусловлены соответственно $5-15^\circ$ и $50-55^\circ$ границами.

2.3. Текстура. Схема деформации в ходе кручения под высоким давлением близка к простому сдвигу. Из рис. 3, б видно, что сформировавшаяся текстура идентична текстуре простого сдвига, свидетельствующей, что основным механизмом деформации было, очевидно, дислокационное скольжение $\{111\}\langle 110 \rangle$. Таким образом, ни криогенные условия деформации, ни исходная субмикроструктурная структура не привели к изменению основного механизма деформации.

Выводы. В настоящей работе исследовалась эффективность воздействия крио-

Рис. 3. Распределение границ по углам (а) и осям (б) разориентировки

генной деформации на формирование нанокристаллической структуры в технически чистой меди. На основе работы сформулированы нижеследующие выводы.

1. Криогенная деформация приводит к значительному измельчению микроструктуры до размера зерна 0,2 мкм.

2. Основным механизмом пластического течения является дислокационное скольжение, о чём свидетельствует образование текстуры простого сдвига, а также наличие в структуре лишь 2,5% общей доли двойниковых границ.

Авторы благодарны проф. Г. А. Салищеву за идею данного исследования. Очень признательны к.т.н. Р. М. Галееву и к.т.н. О. Р. Валиахметову за помощь в получении исходного состояния, а также Forshungszentrum Karlsruhe в лице проф. Н.-J. Fecht, к.ф.-м.н. Ju. Ivanisenko и L. Киртапаева за предоставленное оборудование для эксперимента по кручению под высоким давлением и проведения исследования методом просвечивающей электронной микроскопии.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Gleiter H. Nanocrystalline Materials // *Prog. Mater. Sci.*, 1989. — Vol. 33, No. 4. — P. 223–315.
2. Валиев Р. З., Александров И. В. Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией. — М.: Логос, 2000. — 272 с.
3. Тюменцев А. Н., Дитенберг И. А., Пинжсин Ю. П., Коротаев А. Д., Валиев Р. З. Особенности микроструктуры и механизмы формирования субмикроструктурной меди, полученной методами интенсивной деформации // *Физика металлов и металловедение*, 2003. — Т. 96, № 4. — С. 33–43.
4. Huang Y., Prangnell P. The effect of cryogenic temperature and change in deformation mode on the limiting grain size in a severely deformed dilute aluminium alloy // *Acta Materialia*, 2008. — Vol. 56, No. 7. — P. 1619–1632.
5. Humphreys F. Characterisation of fine-scale microstructures by electron backscatter diffraction (EBSD) // *Scripta Materialia*, 2004. — Vol. 51, No. 8. — P. 771–776.

Поступила в редакцию 02/VI/2009;
в окончательном варианте — 18/X/2009.

MSC: 74A05, 74A10, 74A60, 74C20

COPPER CRYOGENIC DEFORMATION

T. N. Kon'kova, S. Yu. Mironov, A. V. Korznikov

Institute for Metals Superplasticity Problems of RAS,
39, Khalturina str., Ufa, 450001.

E-mail: konkova_05@mail.ru

The effect of high pressure torsion cryogenic deformation on the structure of copper was studied by electron back-scattered diffraction analysis. The average grain size was brought down to 0.2 μm . The analysis of the developed texture and misorientation distribution have demonstrated that the plastic flow arose mainly from the usual $\{111\}<110>$ slip whereas the contribution of mechanical twinning was very limited. The grain structure evolution was shown to be mainly governed by the geometrical effect of the imposed strain.

Key words: severe plastic deformation, cryogenic deformation, copper, structure, texture.

Original article submitted 02/VI/2009;
revision submitted 18/X/2009.

Tat'yana N. Kon'kova, Postgraduate Student. *Sergey Yu. Mironov* (Ph. D. (Phys. & Math.)), Researcher. *Alexandr V. Korznikov* (Dr. Sci. (Techn.)), Senior Scientific Researcher.